



フェライト鋼の窒化における表面組織制御

著者	孟 凡輝
号	60
学位授与機関	Tohoku University
学位授与番号	工博第5154号
URL	http://hdl.handle.net/10097/00120485

	もう はんき
氏 名	孟 凡輝
授 与 学 位	博士 (工学)
学位授与年月日	平成 27 年 9 月 25 日
学位授与の根拠法規	学位規則第 4 条第 1 項
研究科, 専攻の名称	東北大学大学院工学研究科 (博士課程) 金属フロンティア工学専攻
学 位 論 文 題 目	フェライト鋼の窒化における表面組織制御に関する研究
指 導 教 員	東北大学教授 古原 忠
論 文 審 査 委 員	主査 東北大学教授 古原 忠 東北大学教授 小池 淳一 東北大学教授 大谷 博司

論文内容要旨

本研究は、鉄鋼の表面硬化処理の一つである窒化処理により表面特性を制御するための基礎的な知見を得るために、窒化における表面組織および特性変化を調査したものである。窒化は、部材を Fe-N 2 元状態図における A₁ 変態点以下の温度の窒化雰囲気中に保持することで、表面に ϵ と γ 窒化鉄からなる化合物層、内部に固溶窒素と合金の窒化物からなる拡散層を生成することで表面硬化する。この中で、化合物層はセラミックスに類似する性質があるため、高い硬さ、低い凝着性を持っており、摩擦摩耗に優れることが知られている。一方、拡散層で析出する合金窒化物の析出硬化は疲労強度につながるとされる。窒化は、他の表面硬化処理の浸炭や高周波焼入れに比べ、処理温度が低く、マルテンサイト変態がないことに起因して、小さな熱処理歪で高い表面硬さを得られることが特徴である。そのため、自動車や建設機械など高い疲労強度、耐摩耗特性が必要とする一方、高い寸法精度も要求される歯車やシャフトなどの部品に広く利用されている。

一方、部材の摩擦摩耗特性の向上において重要である化合物層は、これまでの長い間に、経験的に処理条件を定めることが多く、また化合物層の剥離等のトラブルが後を絶たないため、窒化後に化合物層を除去して利用される場合もある。近年、窒化センサが開発され、処理中の雰囲気が正確に制御できるようになってきたため、要求特性に応じた化合物層の制御が可能になっているが、添加元素が化合物層生成および硬さに及ぼす影響は良く分かっていない。さらに、工業的に重要である摩擦摩耗特性については、これまで、化合物層の有無の影響や主に実用鋼を対象に塩浴窒化やガス軟窒化、プラズマ窒化などプロセスの影響を報告されているが、新しい窒化鋼の開発の指針を得るために、化合物層を構成する ϵ と γ およびボイドのそれぞれの影響について調査がない。一方、窒化の最大の短所とも言われる硬化層が薄いことに対して、これまで高温窒化や迅速窒化鋼に代表されるプロセス、合金設計に注目した報告が沢山あるが、実用材や純鉄に対して、ショットピーニングによりひずみを付

与することで窒化層厚さを増加できることが報告されている。しかしながら、窒化挙動は添加元素の影響が非常に強いので、元素の影響を考慮した上で加工の影響を明らかにすることが必要である。

そこで、本研究は上記の窒化研究における問題点、不足点を解決するため、Fe-M 2 元フェライト合金を用いて、化合物層の相構成やその硬さおよび化合物層の成長速度、さらに加工と添加元素が窒化組織と硬さに及ぼす影響および化合物層組織の摩擦摩耗特性について検討した。

本論文は以下の内容による 6 章から構成されている。

第 1 章では、研究の背景、目的について記述する。

第 2 章では、実験方法について、本研究に共通する窒化法、組織観察や硬さ測定の方法を記述する。

第 3 章では、化合物層に及ぼす合金元素の影響に関する基礎的な知見を得るため、一般的に鉄鋼材料に含まれている Mn, Si, Mo, 窒化物生成元素として従来窒化鋼に用いられてきた Al, Cr, 及び強力な窒化物生成元素として知られる Ti, V の添加が、ガス窒化における化合物層の相構成、硬さ分布および成長速度に及ぼす影響について調べるために、純鉄と Fe-M (M = Mo, Mn, Si, Cr, Al, V, Ti) 2 元フェライト合金を 843K において種々の時間ガス窒化した。純鉄では、 ϵ と γ' から構成される化合物層が生成し、表面付近にボイドが生成することで化合物層硬さは表面側で軟化する。Fe-1Mo, Fe-1Mn, Fe-1Cr 合金では、化合物層は純鉄と同じように ϵ と γ' で構成されるが、V, Si, Al 添加によって ϵ およびボイドの生成が抑制され、特に Si, Al 添加材では ϵ が形成されないことが明らかとなった。Fe-1Cr, Fe-1Al, Fe-1V 合金では、合金窒化物の析出強化により拡散層の硬さは大きく増加するのに対し、Fe-1Mo, Fe-1Mn, Fe-1Si 合金では、純鉄と同様ほとんど硬化しない。一方、化合物層の硬さについては、拡散層に比べて添加元素の影響は小さいが、Al や Si 添加によるボイド生成抑制によって表面軟化が抑えられる。化合物層の成長速度については、Al を除き何れの元素添加も化合物層の成長を速くする。これは、Mo, Mn, Si, Cr, Al, V 添加による γ' の熱力学的な安定化効果と、V, Si 添加による化合物層中の可動窒素濃度増加およびボイド生成抑制による試料表面からの放出窒素量低減のためと考えられる。一方で、Fe-1Al 合金でも V や Si 添加と同様に可動窒素が増加し、ボイド形成が抑制されるが、 α 中に AlN が大量に析出することで窒素が消費されるため、化合物層の成長が鈍化すると考えられる。

第 4 章では、窒化層の組織と硬さに及ぼす窒化前加工と添加元素の影響に関する基礎的な知見を得るため、HPT加工によって試料中に種々の歪量を付与した純鉄と Fe-M (M = Al, Cr) 2 元フェライト合金を 843K で 3.6ks プラズマ窒化して、窒化による組織と硬さの変化を調査した。純鉄および Fe-1Cr 合金では、窒化層硬さに及ぼす加工の影響は小さい。これは、純鉄では窒化温度での再結晶により導入歪量の増加に伴い α 粒径が細くなるものの粒成長が早く、硬さに影響するほどは微細化されないためである。一方、Fe-1Cr 合金では、CrN 析出によって再結晶およびその後の粒成長が抑制されて顕著に微細化するが、表面硬化に主として寄与する CrN 析出

が歪の影響を強くは受けないため、歪量に関わらず硬さ分布はほぼ一定となる。それに対して、Fe-1Al 合金では、無加工材の窒化では析出しない AlN が加工によって析出が促進されるため、加工材では大きな表面硬化が見られる。また、化合物層においては、いずれの試料においても加工によりその厚さが均一になると同時に化合物層内の γ 粒径が微細化することがわかる。この変化は、特に無加工材で針状 γ が生成する Fe-1Al 合金で顕著に見られた。

第 5 章では、化合物層を構成する ϵ 相、 γ' 相およびボイドと摩擦摩耗特性との関連を明らかにするため、純鉄と Fe-1Cr 合金に対して、種々の雰囲気条件でガス窒化を施すことで、 γ' 単相、ボイドを多く含む ϵ/γ 複合組織およびボイドの少ない ϵ/γ 複合組織を作りこんで、摩擦摩耗試験を行い、摩擦係数、摩耗深さおよび摩擦面状態について調べた。摩耗速度は、主としてボイド量に依存する表面硬さが増加するほど単調に減少する。一方、摩擦係数は、硬さとの明確な相間関係は見られなかったが、ボイド面積率が 6% 以下であれば、ボイドの増加に伴いボイドの貯油機能によって減少するのに対して、6% 以上では逆にボイドが多いほど化合物層が剥離しやすくなるため摩擦係数が増加することが明らかとなり、これまでのボイド有益説と有害説のそれぞれを裏付ける結果を得られた。

第 6 章は結論であり本研究の結果と総括について述べる。

論文審査結果の要旨

窒化処理は小さな熱処理歪で高い表面硬さを得られ、自動車や建設機械などの部品に広く利用されている。近年、工業製品にはより高品質および高信頼性が求められており、高精度で処理が可能な窒化処理に注目が集まっている。本研究は、窒化処理の今後のより広い利用やさらなる機能向上を目的として、Fe-M 2元フェライト合金を用いて表面化合物層の相構成と硬さおよび成長速度、さらに加工が窒化組織と硬さに及ぼす影響および化合物層組織の摩擦摩耗特性について検討したもので、全編6章よりなる。

第1章では序論として本論文の背景と目的を述べ、第2章では用いた実験方法を説明している。

第3章は、純鉄とFe-M (M = Mo, Mn, Si, Cr, Al, V, Ti) 2元フェライト合金を843Kで窒化ポテンシャルを変化させて種々の時間でガス窒化した試料について、化合物層の相構成、硬さ分布および成長速度を調べ、化合物層形成に及ぼす添加元素の影響を解明したものである。その結果、純鉄では ϵ および γ' 相が化合物層として最表面に生成し大きく硬化するが、 ϵ 相側でボイドが生成すると硬さが低下すること、V, Si, Al添加により ϵ 相およびボイド生成が抑制され、特にSi, Al添加材では ϵ 相が形成されないこと、Alを除く何れの元素添加も化合物層の成長を速くすること、などが明らかとなった。また、組織形成傾向が、化合物の安定性、過剰な固溶窒素の存在、ボイド生成の抑制効果により説明できることを示した。

第4章は、窒化組織形成に及ぼす処理前加工の影響を明らかにすることを目的として、純鉄とFe-M (M = Al, Cr) 2元フェライト合金をHPT加工により試料中に種々の量の塑性歪を付与したあとプラズマ窒化し、硬さ分布、結晶粒径、窒素濃度分布および化合物層の形態について検討したものである。純鉄ではいずれの歪領域でも窒化温度での再結晶により等軸粒が得られ、無加工の窒化材とほぼ同様の硬さ分布になる。Fe-1Al合金ではAlNが加工によって析出が促進されることでフェライト地の再結晶/粒成長が抑制され、表面近傍には加工組織もしくは微細粒組織が形成され、大きな表面硬化が得られる。Fe-Cr合金でも加工によりAl添加材と同様の窒化組織の変化が観察される。さらに、加工により化合物層の厚さが均一になると同時に化合物層内の γ' 粒径が微細化することを明らかにした。

第5章は、化合物層の組織が摩擦摩耗特性に及ぼす影響を明らかにするため、純鉄とFe-Cr合金を種々の窒化ポテンシャルでガス窒化した材料について摩擦摩耗特性を調査したものである。その結果、窒化ポテンシャルを制御することで、 γ' 単相およびボイドを多く含む ϵ/γ' の複相組織、ボイド量の少ない ϵ/γ' 中の複相組織を得ることに成功した。これらの試料の摩擦摩耗試験により、摩耗深さには、表面硬さが増加するほど単調に減少することが分かった。摩擦係数については硬さとの明確な相関関係は見られないが、あるボイド面積率を境にボイドの増加に伴い減少する場合と、ボイドが多いほど増加する場合に分かれることが明らかとなった。これは、ボイド量が少ない場合にはボイドの貯油機能が摩擦係数低減に有効に働くのに対して、ボイドが多いと表面の剥離が容易になると考えることで説明可能であり、これまで提案されているボイドの有益説と有害説のそれぞれを裏付ける成果である。

以上、本研究では、今後ますます利用拡大が予想される窒化処理における特性制御の基礎となる窒化組織について、添加元素の影響、加工の影響およびその摩擦摩耗特性を明らかにしている。得られた成果は、現行の窒化処理のプロセス改善や性能改善および適切な処理条件の選択に有効な知見を提供するだけでなく、高強度窒化鋼や高速度窒化鋼の開発、また加工・窒化のプロセス一体化工程設計の指針を与えるとともに、窒化処理による摺動部材の摩擦係数を低減と機械効率の向上についても組織の設計指針を与えるもので、窒化の更なる利用と高機能化に大きな貢献をすることが期待される。

よって、本論文は博士(工学)の学位論文として合格と認める。よって、本論文は博士(工学)の学位論文として合格と認める。